

## ПУБЛИКАЦИИ ПО АНАЛИТИКЕ В ЖУРНАЛЕ "ЗАВОДСКАЯ ЛАБОРАТОРИЯ" (№№4-7 за 1998 год)

Ю.М.Полежаев

Уральский государственный технический университет (УГТУ-УПИ)  
620002, Екатеринбург, ул. Мира, 19

В указанных номерах по разделу "Анализ вещества" опубликовано 27 статей, распределение их по методам приведено ниже.

### 1. ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

#### 1.1. Электрохимические методы анализа

##### 1.1.1. Потенциометрический анализ

Определение золота в сплавах методом потенциометрического титрования с тиокарбамидом / Л.П.Житенко, А.П.Рысев, Е.Г.Хомутова, А.С.Соломонова. №4. С.1-3.

Описана методика определения золота в сплавах потенциометрическим титрованием тиокарбамидом с использованием автотитратора METTLER. Относительное стандартное отклонение результатов параллельных определений  $s_r = 0,0024$ . Правильность результатов подтверждена сравнением с данными анализа аттестованных образцов.

Определение  $Ag^+$ -ионов методом прямой потенциометрии в азотнокислых растворах с избытком одно- и двухзарядных катионов / С.Б.Кочерегин, Е.В.Школьников, Н.Е.Кондратьева. №5. С.15-17.

Показана возможность определения  $Ag^+$ -ионов ( $10^{-5} - 10^{-1}$  моль/л, 1 мкг/мл – 10 мг/мл) методом прямой потенциометрии с погрешностью 2-8 % в азотнокислых растворах при pH 1 на фоне нитратов (1 моль/л) щелочных и щелочно-

**Полежаев Юрий Михайлович** - заведующий кафедрой аналитической химии Уральского Государственного технического университета, доктор технических наук, профессор.  
Область научных интересов: химия, технология и анализ веществ и материалов на основе редких металлов. Автор свыше 400 научных и методических публикаций, в том числе 48 авторских свидетельств, 2 монографий и 2 учебных пособий.

земельных металлов, а также магния, свинца, никеля и меди (II). Для потенциометрических измерений применен  $Ag^+$ -селективный электрод с кислотостойкой мембраной из халькогенидного стекла с 30 % ат. Ag. Результаты прямой потенциометрии серебра (I) подтверждены методами потенциометрического тит-

рования и R-тестирования.

Потенциометрическое определение степени гидролиза промышленного полиакриламида в природной воде / Ф.И.Чуриков, С.В.Снигирев, В.Ф.Куренков. №6. С.9-10.

Описана методика потенциометрического определения степени гидролиза промышленного полиакриламида в природной воде. Относительное стандартное отклонение и относительная погрешность измерения не превышают соответственно 1,4 и 3,3 %.

Потенциометрическое определение меди (II) и железа (III) с помощью ион-селективных электродов из оксидных ванадиевых бронз / О.И.Гырдасова, В.Л.Волков. №6. С.14-16.

Показана возможность определения ионов Fe (III) и Cu (II) в солянокислых растворах посредством прямой потенциометрии и потенциометрического титрования растворами ферроцианида калия при pH 2,5-3. Для индикации точки эквивалентности использованы ион-селективные твердофазные электроды из оксидных ва-

надиевых бронз (общая формула  $\text{Na}_{1.4}\text{Me}_{0.6}\text{V}_{12}\text{O}_{30}$  где  $\text{Me} - \text{Cu, Fe}$ ).

Проточно-инжекционное ионометрическое определение катионных поверхностно-активных веществ/ *И.А.Гурьев, Л.Ф.Зюзина, А.А.Шабарин. № 7. С.3-5.*

Описана методика проточно-инжекционного ионометрического определения катионных поверхностно-активных веществ (КПАВ) в технологических растворах. В качестве индикаторного использован жидкостный лаурилсульфатный электрод на основе нитробензольного раствора лаурилсульфата тетрабутиламмония. Оптимизированы условия проведения анализа. Определению КПАВ не мешают кратные избытки:  $100 \text{ Na}^+, \text{K}^+, \text{Zn}^{2+}, \text{Fe}^{3+}, \text{H}_2\text{SO}_4; 30 \text{ Ca}^{2+}$ . Производительность разработанной системы составляет 30-35 определений в час. Относительное стандартное отклонение не превышает 0,04.

#### 1.1.2. Вольтамперометрический анализ

Определение осмия в минеральном сырье методом кинетической инверсионной вольтамперометрии/ *Н.А.Колпакова, О.В.Каминская, Е.В.Яговкина. № 4. С.9-12.*

Предложен новый гибридный вариант метода инверсионной вольтамперометрии – кинетический метод инверсионной вольтамперометрии (Кин-ИВ). Метод реализован на примере определения осмия. Установлено, что при электроокислении  $\text{Os} + \text{OsO}_2$ , предварительно осажденного на поверхность индифферентного электрода, в кислых электролитах и в присутствии пероксида водорода на анодных вольтамперных кривых наблюдаются “обратные пики”. Показано, что определение осмия методом Кин-ИВ можно проводить в сложных матрицах без его отделения. Нижняя граница определяемых содержаний осмия на фоне 0,1 моль/л серной кислоты при концентрации пероксида водорода 30 % равна  $8 \cdot 10^{-10}$  моль/л при  $s_r = 8\%$ . Предел обнаружения, рассчитанный по 3s - критерию, составляет  $4,7 \cdot 10^{-10}$  моль/л.

Применение вращающегося дискового электрода для аналитического определения меди/ *А.Б.Килимник, Н.А.Абакумова, А.В.Чуриков. № 4. С.12-13*

Приведены результаты исследования вольтамперного поведения ионов  $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$  на вращающемся дисковом электроде из стеклоуглерода на фоне 0,15 Н  $\text{NH}_4\text{OH} + 0,1 \text{ Н } \text{NH}_4\text{Cl}$  в атмосфере аргона. Линейность зависимости предельного тока концентрации  $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$  сохраняется на всем исследованном интервале

концентраций (до 0,048 моль/л). Установлено, что вращающийся дисковый электрод из стеклоуглерода дает воспроизводимые вольтамперограммы и может быть использован для аналитического определения меди в растворах с концентрацией более  $2,5 \cdot 10^{-4}$  г/мл с относительной погрешностью определения менее 2 %. Предлагаемый метод определения меди отличается простотой и экспрессностью (время определения – 20 мин.).

Определение мышьяка в алкогольных и безалкогольных напитках методом инверсионной вольтамперометрии/ *Э.А.Захарова, В.М.Пичугина, Н.П.Пикула. № 5. С.9-11.*

Описана чувствительная методика определения мышьяка в напитках, не требующая его отделения или концентрирования и позволяющая контролировать его содержание на уровне 0,02 мг/кг с использованием современных вольтамперометрических приборов.

Вольтамперометрическое определение меди, свинца, кадмия и цинка в присутствии поверхностно-активных веществ/ *С.И.Петров, Л.В.Кухнникова, Ж.В.Иванова. № 6. С.6-8.*

Показана возможность вольтамперометрического определения ионов тяжелых металлов на ртутно-графитовом электроде с использованием в качестве фоновой раствора хлористоводородной кислоты при наличии и в отсутствие поверхностно-активных веществ (ПАВ). Предел обнаружения разработанного способа определения ионов металлов составляет  $10^{-8}$  моль/л. Метод позволяет проводить определение ионов металлов с относительным стандартным отклонением менее 0,02 и погрешностью, не превышающей 6 %.

Проточно-инжекционное вольтамперометрическое определение глюкозы в сыворотке крови/ *И.М.Фицев, Ю.Н.Баканина, И.Ф.Абдуллин, Г.К.Будников. № 7. С.6-7.*

Показана возможность проточно-инжекционного вольтамперометрического определения глюкозы в сыворотке крови с использованием в качестве аналитического сигнала каталитического тока, обусловленного образованием реактива Фелинга на металлическом медном электроде. Аналитический сигнал ПИА пропорционален концентрации глюкозы в интервале  $1 \cdot 10^{-4} - 1 \cdot 10^{-3}$  М, производительность системы ПИА – 50 проб/ч. Предел обнаружения разработанного амперометрического проточно-инжекционного метода определения глюкозы составляет 2 мкг/мл.

Адсорбция и электрохимическое поведение

ние комплексов Мо (VI) на поверхности твердого электрода и возможность их использования для определения As (V) / *Е.Е.Текуцкая, В.И.Кравцов. № 7. С.8-11.*

Изучена адсорбция и электрохимическое поведение комплексов Мо (VI) на поверхности графитового электрода. Предложен вариант механизма формирования аналитического сигнала в системе "графит – комплекс Мо (VI) – мышьяк (V)". Описан инверсионно-вольтамперометрический метод определения мышьяка (V) в интервале концентраций  $3 \cdot 10^{-9}$  –  $8 \cdot 10^{-8}$  М.

Повышение чувствительности программируемых вольтамперометрических анализаторов / *А.И.Горобец, Н.И.Горобец, Р.М.-Ф.Салихджанова. № 7. С.12-14.*

Предложен метод обработки вольтамперограмм в автоматическом режиме для устранения электрических помех шумового и импульсного характера, который позволяет фиксировать аналитический сигнал малого уровня.

### 1.2. Спектрофотометрический анализ

Исследование взаимодействия кальция с улучшенным реагентом CPBDP и спектрофотометрическое определение его следовых количеств с применением бета-коррекции / *Хонг-Вен Гао, Пен-Фей Занг, Юронг Занг. № 4. С.4-5.*

Изучено взаимодействие кальция с реагентом 3-(2-хлорфенилазо)-6-(2-бромфенилазо)-4,5-диокси-нафталин-2,7-дисульфокислота (CPBDP). Найдено, что при pH 8,2 этот реагент дает с кальцием высокоизбирательную реакцию. Определены условный молярный коэффициент поглощения комплекса ( $1,5 \cdot 10^4$  при  $\lambda = 620$  нм), отношение компонентов (1:1) и константа устойчивости ( $8,7 \cdot 10^4$ ). Описана методика определения Са. Трудности при определении следовых количеств кальция вызывают плохая контрастность реакции и влияние избытка реагента. Для устранения этого влияния применен метод двуволновой спектрофотометрии с бета-коррекцией фона, модификация которого позволила достичь желаемого аналитического результата и определить количественные характеристики цветной реакции. Предел обнаружения – 0,03 мг/л. Селективность определения кальция достигается удалением примесей предварительной экстракцией их ацетилацетонатов в хлороформе. Открываемость кальция составляет 89-105 %, относительное стандартное отклонение равно 0,037.

Экстракционно-спектрофотометрическое определение анионных ПАВ с родамином 6Ж / *А.В.Дрозд, В.Г.Климов, И.В.Моисеева. № 5. С.6-8.*

Описана методика определения анионных ПАВ при совместном присутствии, основанная на экстракции ионных ассоциатов ПАВ с родамином 6Ж в  $\text{CCl}_4$  при pH экстракции 6, 1 и 1,2. В середине рабочего диапазона концентраций –  $(1-10) \cdot 10^{-6}$  моль/л – погрешность определения не превышает 5-10 %.

Сорбционно-фотометрическое определение золота после его выделения кремнеземами, химически модифицированными производными тиомочевина / *В.Н.Лосев, Н.В.Мазняк, А.К.Трофимчук, В.К.Рунов. № 6. С.11-13.*

Описана методика определения золота, включающая его выделение кремнеземами, химически модифицированными производными тиомочевина, последующую термическую обработку сорбентов и определение золота в виде металлического методом спектрометрии диффузного отражения. Методика позволяет определять золото в присутствии  $10^4$ – $10^5$ -кратных количеств цветных металлов и железа. Предел обнаружения составляет 1 мкг Au/0,1 г сорбента.

### 1.3. Флуориметрический анализ

Влияние природы растворителей на флуориметрическое определение 4,4'-бис-маленинимидодифенилметана / *Р.Н.Исаев, О.Л.Сыровежкина, А.В.Ишков. № 4. С.6-8.*

Получены и исследованы спектры возбуждения и флуоресценции 4,4'-бисмаленинимидодифенилметана (БМИДФМ) в различных растворителях. С изменением природы растворителя наблюдается гипсохромный сдвиг спектров возбуждения и батохромный сдвиг спектров флуоресценции БМИДФМ. Описаны методики флуориметрического определения БМИДФМ в различных растворителях. Пределы обнаружения БМИДФМ составляют 0,002-0,13 мкг/мл.

### 1.4. Атомно-абсорбционный анализ

Проточно-инжекционный анализ в атомно-абсорбционной спектрометрии (обзор) / *О.Ю.Бегак, А.В.Бородин. № 6. С.17-27.*

Дан обзор достижений последних лет в области методологии и практического использования проточно-инжекционного анализа (ПИА) в сочетании с методом атомно-абсорбционной спектрометрии (ААС). Обсуждены уникальные возможности ПИА в части полной автоматизации ААС, включая операции пробоподготовки, концентрирования и разделения, введения пробы в атомизатор и компьютерной обработки информации. Показано, что метод ПИА-ААС является одним из наиболее перспективных методов современной аналитической химии.



Экстракционно-атомно-абсорбционное определение железа (III), меди (II) и кобальта (II) в медных сплавах/ *Х.Д.Нагиев, Ф.М.Чырагов, Д.Г.Гамбаров. № 4. С.25-26.*

Описан экстракционный способ разделения железа (III), меди (II) и кобальта (II) с последующим определением этих элементов в смеси экстракт – ацетон (1:1) методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии. Изучены экстракционные возможности N-(1-фенил-2,3-диметилпиразолон-5)-С-(1-фенил-3-метилпиразолон-5)-фенилазومتин – нового реагента по отношению к ионам Fe (III), Ni (II), Mn (II), Co (II), Cr (III), Cu (II) и Zn (II). Найдены условия комплексообразования железа (III), меди (II), кобальта (II) и разработана методика экстракционно-атомно-абсорбционного определения их в медных сплавах.

### 1.5. Хроматографический анализ

Газохроматографическое определение низших спиртов в воздухе с хроматомембранным предконцентрированием/ *Л.Н.Москвин, О.В.Родинков, Т.В.Синицына. № 5. С.3-5.*

Описана газохроматографическая методика определения низших спиртов в атмосферном воздухе в диапазоне концентраций от 0,05 до 100 мг/м<sup>3</sup>, основанная на их хроматомембранном предконцентрировании в воду. Показаны преимущества указанного способа предконцентрирования по сравнению с адсорбцией на активированном угле.

Селективное определение фенола и анилина в водных растворах/ *Я.И.Коренман, Р.П.Лисицкая. № 6. С.3-5.*

Описаны методики селективного определения фенола и анилина в водных растворах, включая экстракционное концентрирование и хроматографический или фотометрический анализ экстракта (реэкстракта). Способы характеризуются низкими пределами обнаружения, селективностью, экспрессностью. Уровень определяемых концентраций фенола составляет 1-10 ПДК, анилина – 0,1-1 ПДК.

Газохроматографический анализ карбонизованных водных растворов аммиака и диэтиламина/ *Л.Д.Аснин, С.А.Мазунин, В.В.Чичагов, Ю.А.Шуров. № 7. С.18-19.*

Предложен метод анализа карбонизованных водных растворов аммиака и диэтиламина, основанный на газохроматографическом разделении компонентов раствора в режиме программирования температуры на сорбенте полисорб-4-120 и регистрации их с помощью детектора по теплопроводности. Пределы обнаружения для

диэтиламина, углекислого газа и аммиака составляют соответственно 0,02; 0,01 и 0,07 моль/л. Методика отличается простотой и экспрессностью.

### 1.6. Прочие методы анализа

Частотные способы определения концентрации электролитов/ *Б.И.Герасимов, Е.И.Глинкин, М.Ю.Серегин, Е.Б.Герасимова, М.Е.Власов, А.В.Кириянов. № 7. С.15-17.*

Показано развитие частотных методов контроля концентрации растворов электролитов с целью эквивалентного отображения кода пробы электролита. Предлагаемые способы могут быть использованы при создании экспертных систем аналитического контроля в реальных производственных условиях.

## 2. ФИЗИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА.

### 2.1. Атомно-эмиссионный анализ

Химико-атомно-эмиссионный анализ диметил- и диэтилтеллура высокой частоты/ *А.Д.Зорин, В.Ф.Занозина, И.Н.Гаязов, М.Л.Маркова, О.А.Емельянова. № 6. С.28-29.*

Предложен новый способ подготовки проб летучих алкильных соединений теллура к анализу, основанный на окислении их кислородом в режиме горения до оксида теллура. Описана методика химико-атомно-эмиссионного определения Fe, Ag, Co, Cu, In, Mg, Mn, Ni, V, Zn в диметилтеллуре высокой частоты. Пределы обнаружения примесей составляют  $3 \cdot 10^{-5}$  –  $5 \cdot 10^{-8}$  % масс. в зависимости от элемента. Относительное стандартное отклонение не превышает 0,25.

Разработка методики атомно-эмиссионного анализа индий-свинцовых сплавов/ *В.Н.Голубева, О.Ф.Дегтярева, Ж.В.Кириченко. № 4. С.23-24.*

Описан атомно-эмиссионный метод анализа индий-свинцовых сплавов после переведения их в смесь оксидов. Градуировочные графики строят по искусственным образцам сравнения, химические и физические свойства которых аналогичны пробам. Предел обнаружения 26 примесей составляет  $3 \cdot 10^{-5}$  –  $2 \cdot 10^{-2}$  масс. %.

### 2.2. Масс-спектрометрический анализ

Масс-спектрометрическое определение SO<sub>2</sub> в термографените/ *В.С.Севастьянов, Б.К.Зуев, Н.С.Васильев. № 4. С.27-28.*

Описана установка для определения SO<sub>2</sub> в термографените и разработана методика масс-спектрометрического определения выделенных газов. Показано, что существует три

пики повышенного газовыделения  $\text{SO}_2$  при 160, 300, 550°C. Относительно высокое значение  $s_r = 0,5-0,6$  обусловлено физической и химической неоднородностью образцов. Экспрессность предлагаемой методики составляет 2-3 мин.

### 2.3. Активационный анализ

НГ-активационное определение благородных металлов во вторичном сырье / А.В.Андреев, Ю.А.Карпов, С.А.Макаров. № 4. С. 14-22.

Исследованы возможности определения золота, серебра, палладия и платины во вторичном сырье электронной промышленности нейтронно-активационным методом с использованием нейтронного генератора (НГ-активационный метод). Анализируемые пробы облучали нейтронами различных энергий: 2-3 МэВ – dd-нейтроны; 14-15 МэВ – dt-нейтроны и тепловых энергий – замедленные dt-нейтроны. Приведе-

ны оценки метрологических характеристик методик анализа для диаграмм определяемых содержаний от 0,0001 (Au); 0,001 (Ag); 0,05 (Pd) и 0,1 (Pt) до 90 % масс.

### 3. МЕТОДЫ РАЗДЕЛЕНИЯ

Избирательный способ выделения скандия для его последующего определения / М.И.Дегтев, П.В. Мельников. № 5. С. 12-14.

Исследованы условия экстракции скандия жестким реагентом – бензоилантипирином – из перхлоратных растворов в присутствии хлорид-ионов. Введение последних в экстракционную систему позволяет повысить коэффициент распределения скандия. Предлагаемый способ характеризуется воспроизводимостью, правильностью, простотой и экспрессностью

\* \* \* \* \*

### Нам пишут

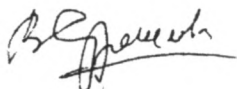
Известно, что такие крупные производители аналитического оборудования, как фирмы Хьюлетт-Пакард или Перкин-Эльмер, уже много лет сопровождают свою работу выпуском специализированных журналов, позволяющих, в частности, быстрее ориентироваться в океане разнообразных аналитических задач и правильно их решать.

Недавно появились новые издания фирм-производителей "OMICRON NEWSLETTER" (Германия) и "RENTSHAW SPECTROSCOPY INNOVATION" (Великобритания). Первая из них специализируется в области сверхвысокого вакуума, электронной и ионной спектроскопии, сканирующей микроскопии, приготовления образцов для исследования этими методами и выращивания тонких пленок. Большая часть заказов выполняется в сотрудничестве и по проектам заинтересованных коллективов исследователей. В выпусках приводятся сведения о планируемых и проведенных семинарах с использованием указанных методов. Приводятся результаты оригинальных исследований.

Фирма RENTSHAW GmbH в течение 1991 – 1998 годов достигла больших успехов в области приборного оформления метода спектроскопии комбинационного рассеяния света. Эти достижения (первоклассный Рамановский микроскоп, 782 нм лазерный диод, волоконная оптика, позволяющая существенно расширить *in situ* исследования, и др.) необходимо брать на вооружение и нашим уральским исследователям.

Интересующиеся могут заказать эти выпуски по факсам: 07127/88237 K-J Schuchter или +49(0)6128 987-185 Dr. M. Sander - или познакомиться с ними в лаборатории "Состав вещества" Института электрохимии УрО РАН.

14.10.98.



В.Н.Стрекаловский